

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 64-003008

(43)Date of publication of application : 06.01.1989

(51)Int.Cl.

C01F 7/02

(21)Application number : 63-042921

(71)Applicant : SUMITOMO CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 24.02.1988

(72)Inventor : HARATO TAKUO
FURUBAYASHI TOSHIKI
ASHITANI TOSHIO
OGAWA TORU

(30)Priority

Priority number : 62 44613
62 59165Priority date : 26.02.1987
13.03.1987

Priority country : JP

JP

(54) PRODUCTION OF EASILY DISINTEGRABLE ALUMINA

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the titled alumina having uniform particle shape and sharp particle size distribution, by applying mechanical impact to a specific $\text{Al}(\text{OH})_3$ and/or transition alumina and drying and calcining the product.

CONSTITUTION: $\text{Al}(\text{OH})_3$ produced by Bayer's process and having an average secondary particle diameter of $\leq 10\mu\text{m}$ and/or a transition alumina produced by contacting the $\text{Al}(\text{OH})_3$ with hot gas of $400\text{W}1,200^\circ\text{C}$ for $1\text{W}10\text{sec}$ and having an ignition loss of $0.5\text{W}15\text{wt.}\%$ are filled together with a crushing medium having a ball diameter of $1\text{W}50\text{mm}$ into an attritor and applied with mechanical impact for $\geq 1\text{hr}$ to decrease the peak of the (110) plane of the X-ray diffraction pattern compared with that of $\text{Al}(\text{OH})_3$ and/or the transition alumina before the treatment. The treated $\text{Al}(\text{OH})_3$ and/or transition alumina is, as necessary, dispersed in an aqueous solution to obtain a slurry having a viscosity of $100\text{W}1,000\text{ cps}$. The slurry is spray-dried and calcined at $\geq 1,000^\circ\text{C}$ in the presence of a chlorine-containing substance (e.g. AlCl_3).

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

10

⑨ 日本国特許庁(JP) ⑩ 特許出願公開
⑫ 公開特許公報(A) 昭64-3008

⑬ Int.Cl.⁴ 識別記号 庁内整理番号 ⑭ 公開 昭和64年(1989)1月6日
C 01 F 7/02 G-6939-4G

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全11頁)

⑮ 発明の名称 易解砕性アルミナの製造方法
⑯ 特 願 昭63-42921
⑰ 出 願 昭63(1988)2月24日
優先権主張 ⑱ 昭62(1987)2月26日 ⑲ 日本(JP) ⑳ 特願 昭62-44613
㉑ 昭62(1987)3月13日 ㉒ 日本(JP) ㉓ 特願 昭62-59165
㉔ 発 明 者 原 戸 卓 雄 東京都中央区日本橋2丁目7番9号 住友化学工業株式会
社内
㉕ 発 明 者 古 林 俊 樹 愛媛県新居浜市惣開町5番1号 住友化学工業株式会社内
㉖ 発 明 者 芦 谷 俊 夫 愛媛県新居浜市惣開町5番1号 住友化学工業株式会社内
㉗ 発 明 者 小 川 透 愛媛県新居浜市惣開町5番1号 住友化学工業株式会社内
㉘ 出 願 人 住友化学工業株式会社 大阪府大阪市東区北浜5丁目15番地
㉙ 代 理 人 弁理士 諸 石 光 潤 外1名

明 細 書

1. 発明の名称
易解砕性アルミナの製造方法
2. 特許請求の範囲
(1) 平均二次粒子径が10μm以下であるパイヤ
ー法により得られた水酸化アルミニウムおよび
／または遷移アルミナに機械的衝撃を加えた後、
必要により乾燥し、次いで焼成することを特徴
とする易解砕性アルミナの製造方法。
(2) 水酸化アルミニウムおよび／または遷移アル
ミナに加える機械的衝撃が、処理前の水酸化ア
ルミニウムおよび／または遷移アルミナのX線
回折(110)面のピーク強度を5%以上低下
せしめるものであることを特徴とする特許請求
の範囲第1項記載の製造方法。
(3) 水酸化アルミニウムおよび／または遷移アル
ミナに機械的衝撃を加えた後、水溶液中に分散
しスラリー状となし、次いで粘度を約100～
約1000センチポイズに調整した後、該スラ
リーを噴霧乾燥し、得られた乾燥粉末を焼成す

ることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載
の製造方法。

- (4) 噴霧乾燥により得られた乾燥粉末を塩素含有
物質の存在下に焼成することを特徴とする特許
請求の範囲第3項記載の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は粒度分布がシャープな易解砕性アル
ミナ粉末の製造法に関するものである。

(従来技術の説明)

アルミナ粉末は各種セラミック製品の製造用
原料、研削剤、更には特殊耐火物製造用原料等
として使用されている。

近年IC基板等の電子材料セラミックスの技
術的進歩は著しく、原料アルミナ粉末に求めら
れる品質も厳しくなっている。

特に焼結体としての組織の均一性や生産性、
更には製品歩留まりの向上が原料アルミナ粉末
に大きく寄与しているとして種々の物性の改良
が要求されている。

例えば、焼結体組織の均一性及び低温度の焼結で高密度の焼結体を得るためにはアルミナの粒子が微粒で粒子活性が均一、すなわち粒度分布がシャープで粒子が一個一個揃っていることが望ましい。またアルミナは通常高い成形密度の成形体を得ることを目的として焼成後のアルミナ粉末を粉砕し、凝集粒子（二次粒子）を凝集粒を形成する個々の粒子（一次粒子）、或いはその近傍まで解砕して用いるので、解砕に要する時間が短い、すなわち易解砕性であることが好ましい。

また研磨剤として使用される場合にも、研磨速度や研磨面の仕上り（スクラッチ）の点よりやはり粒度分布がシャープなアルミナが要求されている。

しかしながら、従来使用されているセラミックス用アルミナはその大部分がバイヤー法によって得られた水酸化アルミニウムをロータリーカルンや流動層式焼成装置あるいはトンネル式焼成炉等で焼成して得られた数 μm ～十数 μm

の一次粒子が強固に集合した数 μm ～百数十 μm の凝集粒子（二次粒子）であり、解砕に長時間を要する上に解砕時粒子形状にそって解砕されず異形の α -アルミナの破砕片を生成する。

そのため粒度分布がブロードとなり、結果として粒子活性も不均一になる欠点を有する。

さらに得られたアルミナの粒子形状は母塩である水酸化アルミニウムの晶癖を残した片平状のアスペクト比の高いアルミナであり要求される物性を満足するアルミナ粉末とは言い難いものであった。

（本発明が解決しようとする課題）

かかる事情下に鑑み、本発明者等は易解砕性で解砕後の個々の粒子形状が均一で粒度分布がシャープなアルミナ粉末を得る事を目的とし、鋭意検討した結果、焼成前の水酸化アルミニウム或いは遷移アルミナに機械的衝撃エネルギーを付与した後、焼成する場合には上記目的がすべて達成し得る事を見出し本発明を完成するに至った。

（課題を解決するための手段）

すなわち、本発明は平均二次粒子径が $10\mu\text{m}$ 以下のバイヤー法により得られた水酸化アルミニウム及び／または遷移アルミナに機械的衝撃エネルギーを加えた後、必要により乾燥次いで焼成することを特徴とする易解砕性アルミナ粉末の製造方法を提供するにある。

以下、本発明方法を更に詳細に説明する。

本発明で使用する水酸化アルミニウム及び／または遷移アルミナ（以下水酸化アルミニウム及び／または遷移アルミナを単に原料粉末と称する場合がある。）はバイヤー法により得られた平均二次粒子径が約 $10\mu\text{m}$ 以下、より好ましくは約 $8\mu\text{m}$ 以下のものが用いられる。

本発明方法に於いて、遷移アルミナとは、水酸化アルミニウムを乾燥、焼成することにより得られる α 、 κ 、 θ 、 ρ 、 δ 、 γ 等の未だ α -アルミナに結晶転移する前の中間アルミナであり工業的にはバイヤー工程から得られる水酸化アルミニウムを約 $400\sim1200^\circ\text{C}$ の熱ガス

に通常数分の $1\sim10$ 秒間接触させたり、或いは水酸化アルミニウムを減圧下で約 $250\sim約900^\circ\text{C}$ に通常 $1\sim4$ 時間加熱保持することにより得ることができる約 $0.5\sim約15$ 重量%の灼熱減量を有するもの等が挙げられる。

これら原料粉末の平均二次粒子径が $10\mu\text{m}$ より大きい場合には当然焼成後得られる α -アルミナの粒子も大きくなり、またバイヤー法により得られた原料粉末は通常平均粒子径が小さい原料粉末に比較し、平均粒子径（二次粒子径）の大きい原料粉末は該二次粒子を構成する一次粒子中に、大きい一次粒子径のものを内在している場合が極めて多く、この一次粒子が近接する一次粒子の結晶面との整合（接合）点において粒子同士が融合成長し、一体化して更に大きい α 晶を形成し、個々の粒子形状を不揃いにするとか、粒度分布のブロード化等の原因となる。

しかもこの現象はバイヤー法で得た原料粉末中に不可避的に含有されるソーダにより、粒子

同士の融合成長が著しく促進され、得られる α -アルミナの粒度分布を更に不均一にするので好ましくない。

水酸化アルミニウム或は遷移アルミナに機械的衝撃エネルギーを加える方法としては該原料粉末にできる限り均一にエネルギーが加えられる方法であれば特にその方法を限定するものではないが、通常粉砕媒体攪拌型の粉砕装置、例えばアトライター、ボールミル等の粉砕媒体を用いる装置が使用される。

粉砕媒体を用いる方法に於いては乾式、湿式のいずれの方法も採用可能であるが、湿式法によるほうがより均一に機械的衝撃エネルギーを粉体に加えることができるので好ましい。

粉砕媒体としてはボール径が1~50mm ϕ 、好ましくは2~30mm ϕ より好ましくは2~5mm ϕ のアルミナボールを使用すればよい。

これら装置を使用しての粉末に加える機械的衝撃エネルギーの程度は、被粉砕物の物性、粉砕装置の種類、容量、粉砕装置内に充填されて

いる粉砕媒体の種類、量、更には粉砕装置の回転数等の操業条件等の種々の条件により変更し得るので一般的に記述する事はできないが、機械的衝撃エネルギーを加える前の原料粉末のX線回折(110)面のピーク強度を100%とし、処理後のピーク強度が95%以下、好ましくは90%以下、すなわち(110)面のピーク強度を少なくとも5%以上、好ましくは10%以上低下せしめる条件であればよく、これら条件は適用する装置を決定すれば予備実験により容易に設定し得る。

例えば、平均二次粒子径1.0 μ m~1.4 μ mの原料水酸化アルミニウム(ギブサイト)を2mm ϕ ~5mm ϕ のアルミナボール約8kgを充填した約5Lの容量を有するアトライターを使用して機械的衝撃を付与する場合には通常1時間以上、好ましくは3~24時間処理すればよい。

原料粉末に加える機械的衝撃エネルギーが小さい場合には、次いで焼成して得られる α -アルミナは易解砕性のものとはならず、一個一個

の粒子の揃った粒度分布の狭いアルミナを得る事は出来ない。

他方長時間処理しても処理時間に見合う著しい効果の発現は見られないので経済性より適宜決定すればよい。

このようにして得られた機械的衝撃エネルギーを加えた原料粉末は次いでそのまま或いは乾燥後焼成されるが、乾燥、焼成に際し、機械的衝撃エネルギーを加えた原料粉末を水溶液中に分散、混合しスラリー状とした後粘度を100~1000センチポイズに調整し、次いで該スラリーを噴霧乾燥し、得られた乾燥粉末を焼成する場合には、更に一個一個の粒子の揃った粒度分布のシャープな易解砕性アルミナを得ることができる。

この場合、水溶液に対する原料粉末の分散、混合量は次いで実施する噴霧乾燥条件により一義的ではないが、通常約200g/L~約2000g/L、好ましくは約600g/L~約1200g/Lの範囲で実施すればよい。

分散、混合方法としては水溶液中に原料粉末が均一に分散し得る方法であればよく、例えば攪拌機による機械攪拌、或いはボールミルやアトライター等による湿式混合等の方法が挙げられる。

原料粉末を分散した水溶液は分散剤の添加の有無にもよるが通常数10センチポイズ以下なのでそのスラリーの粘度を約100センチポイズ~約1000センチポイズ、好ましくは約200~約800センチポイズに粘度調整した後、噴霧乾燥に供する。

スラリー粘度が上記範囲より低い場合には得られた粉末顆粒を用い焼成しても得られたアルミナ粉末が噴霧乾燥しない方法に比較して、解砕後もより一個一個の粒子の揃った粒度分布のシャープなアルミナ粉末となりにくい。

他方高い場合には噴霧時均一な液滴が形成され難く、結果として所望の粒度分布のシャープなアルミナ粉末が得難い。

粘度調整方法としては、焼成後得られるアル

ミナを著しく汚染する可能性のない方法であれば特に制限されるものではないが、例えばアンモニア水やアルミナの成形時に使用するポリビニルアルコール、カルボキシメチルセルロース、メチルセルロース、ポリメチルメタクリレートのようなアクリロル樹脂等の結合剤、更にはCa、Mg等の塩化物及び炭酸塩等の使用が挙げられるが、焼成時焼失しアルミナ中に残存しないアンモニア水及び／またはポリビニルアルコール等の結合剤の使用が推奨される。

また、ポリビニルアルコール等の結合剤を使用する場合には噴霧乾燥後のサイクロン等における乾燥粉体の回収率を高める効果を有する。

噴霧乾燥に使用される噴霧法としては回転ディスク法、加圧ノズル法、2流体ノズル法等いずれの方法を採用してもよいが、得られる粉末の粒度分布が最もシャープな回転ディスク法の適用が好ましい。

噴霧乾燥により得る粉体顆粒の粒径は特に制限されないが、通常平均粒径約 $20\mu\text{m}$ ～約 2

$00\mu\text{m}$ の範囲である。

目的とする粉体の粒径は使用する噴霧乾燥機種によって異なるが、回転ディスク法の場合には噴霧乾燥に供するスラリーの濃度、ディスクに供給するスラリー量、ディスク回転数、気体の流速さらには乾燥速度を調整することにより得られる。

本発明方法においては、焼成は塩素含有物質の存在下で実施することが好ましい。

塩素含有物質としては焼成時塩素または塩化水素を発生するものであれば、特にその種類は制限されるものではないが、通常、塩酸、塩素ガス、塩化アルミニウム、塩化マグネシウム、塩化カルシウム等の塩素化合物さらには塩素含有高分子化合物等が使用される。

塩素含有高分子化合物としては塩化ビニル単独重合体、塩化ビニルと共重合可能なエチレン系不飽和単量体との共重合体（グラフト共重合体、ブロック共重合体を含む。）塩化ビニリデン重合体或いは塩化ビニリデンと共重合可能な

エチレン系不飽和単量体との共重合体等が挙げられる。水酸化アルミニウムまたは遷移アルミナに対する塩素含有物質の添加存在量は塩素含有物質の保有する或いは熱分解等によって発生する塩素あるいは塩化水素の量によって異なり一般的には決定しがたいが、通常、水酸化アルミニウムまたは遷移アルミナ中のアルミナ（乾量基準）に対して塩素換算量で約 0.1 ～約 10 重量％、好ましくは約 1 ～約 5 重量％の範囲で実施される。

添加量が約 0.1 重量％未満の場合には得られた粉末のアスペクト比の改良効果が少なく、他方の 10 重量％を越える場合には添加量に見合うアスペクト比の改良効果が見られないばかりか装置腐食の問題も生じし、加えて塩素含有高分子化合物を用いた場合には焼成時に分解による残存炭素が増加し得られるアルミナ粉末の純度低下を招く等の不都合を生じる。

焼成雰囲気下に塩素含有物質を存在せしめる方法としては、噴霧乾燥前の原料粉末水溶液中

に添加混合する方法、噴霧乾燥粉末に添加混合する方法或いは焼成時焼成炉内に塩素含有物質を導入し水酸化アルミニウム或いは遷移アルミナと接触させる方法等が挙げられるが、何れの方法を採用、或いは併用してもよい。

焼成時における塩素含有物質の存在は、上述の効果の他に水酸化アルミニウム或いは遷移アルミナがソーダ分を含有している場合には当然のことながら該原料粉末からの脱ソーダ効果をも有する。

しかしながら、塩素含有物質を添加せず、他の脱ソーダ剤、例えばフッ化ナトリウム等或いはフッ化ナトリウム等にシリカ系物質を併用した場合においては、脱ソーダ効果は得られるものの粒子アスペクト比が小さく、粒度分布のシャープな低ソーダアルミナを得る効果は小さくなる。

原料としての水酸化アルミニウム或いは遷移アルミナ中のソーダ含有量が高い場合には焼成時、シリカ系含有物質を添加し、アルミナ中に

含まれるソーダ分の減少を促進させる方法を採用してもよい。

このようなシリカ系含有物質としては、ケイ石、石英、ケイ砂、シャモット、ムライト、シリマナイト、マグネシウムシリケート、アルミナシリケート等が用いられる。

これらシリカ系物質の使用方法は適用する焼成装置によっても異なる。

焼成装置としてトンネル式焼成炉を用いる場合には、これら材質から成る焼成用匣鉢として、あるいは匣鉢中にこれら材質から成る5〜10mm程度のボールとして添加して使用することが出来る。

ロータリーキルンを用いる場合にはさらに小さいシリカ系物質よりなるボールやケイ砂を添加するのが好適である。

この時水酸化アルミニウム或いは遷移アルミナの焼成の間に発生するソーダ分がシリカ系物質に吸収され、アルミナの低ソーダ化が促進される。

ロータリーキルン、ローラーハースキルン、トンネル式焼成炉、気流式焼成装置、流動層式焼成装置、瞬間仮焼式焼成装置、電気炉焼成装置等公知の装置が用いられる。

このようにして焼成されたアルミナは冷却されそのまま、或いは篩によってシリカ系物質を分離することにより、易解砕性で解砕後の一次粒子径が約5μm以下、好ましくは約3μm以下で粒度分布がシャープで、かつ塩素含有物質の存在下焼成したものは、粒子アスペクト比の小さなアルミナが得られる。

本発明方法を採用することにより何故得られるアルミナの粒度分布が均一で易解砕性のアルミナとなるのかその理由は詳らかではないが、溶液中より沈降した粒子を傾渦或は濾過等により固液分離し、これを乾燥するという従来法ではこの過程で水酸化アルミニウム粒子の再凝集が生じ、隣接する一次粒の結晶面が接合し、これが焼成時α晶として成長し、粒子の粗大化ならびに粒度分布の不均一化を招来するが、本

シリカ系物質の存在必要量はアルミナ(乾量基準)に対して1重量%(SiO₂換算)以上、好ましくは5〜10重量%程度である。

本発明方法の実施に際し焼成条件は使用する焼成装置によっても異なり、一義的では無いが、通常約1000℃以上、好ましくは約1100〜約1500℃での温度範囲で焼成される。

焼成に要する時間は焼成装置によって異なるが、流動層や瞬間仮焼式焼成装置の場合には該温度での滞留時間は数分〜数十分以内であり、トンネル式焼成炉の場合では数時間程度である。

滞留時間と保持温度の関係は希望する製品アルミナのα-アルミナ粒子径の大きさによって適宜選定される。

当然のことながら滞留時間が長く、保持温度が高いほど得られるα-アルミナの粒子径は大きくなる。

使用される焼成装置の形式については上記焼成温度、滞留時間が得られるものであればその種類、形式は特に制限されるものではないが、

発明に於いては

① 原料粉末の平均二次粒子径を限定したため、異常に大粒径の一次粒子径を有する原料粉末を使用することがなく、原料に寄与する粒度分布のバラツキが少なくなる。

② 原料粉末に機械的衝撃を加えることにより焼成時α化生成の核となる活性エネルギー集積点が粒子表面に人為的に導入されα-アルミナへの核発生数が著しく増大し、隣接する粒子接点よりのα晶の成長が減少する。

③ 原料粉末に機械的衝撃を加えることにより生じた粒子表面の凹凸が、凝集粒を構成する一次粒子の殆んどを隣接する粒子同士と融合成長することなくα化せしめる。

等の種々の要因が相俟って微粒子で易解砕性で個々の粒子が均一で、かつ粒度分布がシャープなα晶アルミナが得られるものと推測される。

また、原料粉末をスラリー状とし、粒子を分散せしめた状態で、これを同時に噴霧乾燥する方法を合わせ採用する場合には、乾燥粉末の一

次粒子の凝集程度が低く、焼成後も、粒子接合による α 品の成長が少なくなるため、上述の効果が更に促進されるものと思われる。

加えて、本発明方法に於いて焼成を塩素含有物質の存在下で実施する場合には、焼成時原料アルミナのC軸方向の粒成長を促進し、結果として粒子アスペクト比が小さく個々の粒子が均一で粒度分布のシャープな α 品アルミナが得られる利点も有する。

(本発明の効果)

以上詳述した本発明方法によって α -アルミナを製造すると、得られたアルミナは簡単な粉碎(解砕)で通常平均二次粒子径 $3\mu\text{m}$ 以下、好ましくは $2\mu\text{m}$ 以下の微粒でかつ粒度分布がシャープな易解砕性アルミナとなり、これを用いて成形体を形成し、焼結せしめる場合には、組織が均一で高密度、高強度の焼結体を得ることが出来るため、電子材料セラミックス等各種セラミックス用は勿論のこと工業的価値は頗る大なるものである。

ナ品は割れやすいので粉碎時間に対するBET比表面積の増加が急であること、逆にアスペクト比が小さい α -アルミナ品は割れがたく、粉碎時間に対するBET比表面積の増加が緩やかであるとの実験結果に基づくものである。]

実施例及び比較例に於ける粒度の測定はセディグラフ法を、またスラリー粘度の測定は東京計器製B型粘度計(No.2ローター、30回転、室温)を用いた。

実施例1

バイヤー法によって得られたソーダ含有量(Na_2O 換算)0.2重量%の第1図に示す粒度分布ならびに第2図の走査電子顕微鏡写真で示される粒径を有する水酸化アルミニウム1.8kgと水1.9ℓを4.9ℓアトライター(三井三池化工機製)に粉碎媒体として $2\text{mm}\phi$ のアルミナボール8.5kgと同時に投入し、24時間稼働した。

アトライター停止後の水酸化アルミニウムを脱水処理し、X線回折(110)面のピーク強度を測定したところ粉碎前に比較して79%で

(実施例)

以下、実施例により本発明を更に詳細に説明するが、本実施例は本発明方法の一実施態様を示すものであり、これによって本発明が制約されるものではない。

尚、本実施例及び比較例に於いて得られたアルミナ粉末の有する Na_2O 濃度、5%、50%、95%の累積重量%における粒度及びこのアルミナ粉末3gを 20ϕ の金型で圧縮成形し、更に静水圧プレス成形(1ton)し、これを $1600^\circ\text{C}\times 2$ 時間焼結し得られた焼結体の焼結密度を測定した。

その結果を第1表に示す。

また、平均粒子径が $1\mu\text{m}$ 前後の微粒アルミナに於いて粒子アスペクト比は走査電子顕微鏡写真では感覚的にしか判読しがたいので、本実施例では同一粉碎条件における粉碎時間に対するBET比表面積の関係よりこれを定量化した。(この考え方は、 α -アルミナ品を粉碎したとき薄い板状(アスペクト比が大)の α -アルミ

あった。

次いでアトライター処理後の水酸化アルミニウム1800gを10%濃度の塩酸350ccを添加した2450ccの水中に分散混合し、更にポリビニルアルコール(PVA2050調クラレ製)の10%水溶液180gを添加した後25%アンモニア水溶液を30ml添加してスラリー粘度を200センチポイズに調整した。

このようにして得たスラリーを回転ディスク型噴霧乾燥機(MM型、デンマーク、ニロ社製)に供給し瞬間乾燥し平均粒径 $30\mu\text{m}$ の顆粒粉体を得た。(スラリー供給速度2ℓ/Hr、スラリー濃度677g/ℓ、ディスク回転数1000r.p.m、乾燥温度 110°C)

次いでこの粉体をムライト型の箱に充填し箱型電気炉にて $1300^\circ\text{C}\times 2$ 時間焼成し、更にボールミルで2時間粉碎しアルミナ粉末を得た。

得られたアルミナ粉末の粒度分布を第3図、走査電子顕微鏡写真を第4図として示す。

比較例1

実施例1で用いたと同じ水酸化アルミニウムをアトライター処理は行わないこと以外は実施例1と同様の処理を行った。

得られたアルミナをボールミルで2時間解砕した。

アルミナ粉末の粒度分布を第5図、走査電子顕微鏡写真を第6図として示す。

実施例2、3及び比較例2

実施例1において第1表に示す量のポリビニルアルコール及び2.5%アンモニア水溶液を添加しスラリー粘度を変えた他は実施例1と同様の方法で噴霧乾燥し、焼成した。

得られた粉末の物性を第1表に示す。

実施例4

実施例1で用いた水酸化アルミニウムを予め500℃で4時間焼成し、得られた仮焼アルミナ粉末(X線回折による結晶構造はギブサイトを主成分としベーマイト、γ-アルミナ、ε-アルミナが検出され、灼熱原料は10重量%であった。)を実施例1と同様にアトライター処理

し(110)面のピーク強度測定結果は粉砕前に比較して92%であった。)更にスラリー化、粘度調整した。

このようにして得られたスラリーを実施例1と同様に処理を行い低ソーダアルミナを得た。

得られたアルミナの物性を第1表に示す。

実施例5

実施例1において、アトライターの処理時間を6時間とした。アトライター停止後の水酸化アルミニウムを脱水処理し、X線回折(110)面のピーク強度を測定したところ粉砕前に比較して90%であった。

次いでこの水酸化アルミニウムを実施例1と同じ条件で処理しアルミナ粉末を得た。

得られたアルミナの物性を第1表に示す。

実施例6

実施例1において焼成温度を1250℃に変えた以外は実施例1と同様の処理を行った。

得られたアルミナ粉末の物性を第1表に示す。

比較例3

原料水酸化アルミニウムとしてバイヤー法によって得られたソーダ含有量(Na₂O換算)0.2重量%の第7図に示す粒度分布ならびに第8図の走査電子顕微鏡写真で示される平均二次粒子径15μmの原料粉末を用いた他は実施例1と同一方法でアルミナ粉末を得た(アトライター処理後の水酸化アルミニウムのX線回折(110)面のピーク強度は粉砕前に比較して48%であった。)

得られたアルミナ粉末の粒度分布を第9図走査電子顕微鏡写真を第10図として示す。

比較例4

実施例1において用いたと同じ水酸化アルミニウムをアトライター処理、塩酸の添加、粘度調整及び噴霧乾燥をせずに濾過、乾燥後、直接ムライト製の筒中に充填し実施例1と同様に焼成した。

得られた粉末の物性を第1表に示す。

実施例7

実施例1に於いてアトライター処理は行いが

粘度調整、噴霧乾燥をせず、スラリーを濾過し110℃、2時間エアバス中で乾燥後、ムライト製の筒中に充填し実施例1と同様に焼成した。

得られた物性を第1表に示す。

比較例5

実施例1に於いてアトライター処理を行わない他は実施例1と同様に焼成した。

得られた粉末の物性を第1表に示す。

実施例8

実施例4に於いて粘度調整、噴霧乾燥をせず、スラリーを濾過し、110℃、2時間エアバス中で乾燥後、ムライト製の筒中に充填し実施例1と同様に焼成した。

得られた物性を第1表に示す。

実施例9

実施例1に用いた水酸化アルミニウムを予め500℃で4時間焼成し、得られた仮焼アルミナ粉末(X線回折による結晶構造はギブサイトを主成分とし、ベーマイト、γ-アルミナ、ε-アルミナが検出され、灼熱減量は10重量%

であった。)を実施例1と同様にアトライター処理〔(110)面のピーク強度測定結果は粉碎に比較して92%であった。〕した後、通過し、これをエアバス中110℃、2時間乾燥した。

次いでこのようにして得た乾燥サルミナ粉末に粉末状塩化ビニル樹脂(住友化学製、スミリット樹脂)をアルミナ100重量部に対し2.0重量部と平均粒径2 μ mの石英を5.0重量部添加した後、均一に成るよう攪拌し、箱型電気炉にて1300℃×2時間焼成し、更にボールミルで2時間粉碎しアルミナ粉末を得た。得られたアルミナ粉末の物性を第1表に示す。

比較例6

実施例9においてアトライター処理を行わない他は同様にしてアルミナ粉末を得た。得られたアルミナ粉末の物性を第1表に示す。

	試料	HCl (wt)	PVA (g)	NH ₃ (wt)	粘度 (cp)	物 性			
						D ₅₀	D ₁₀	F・D	Na ₂ O量
実施例1	1	360	180	30	200	1.2	0.7	1.8	0.02
"	2	360	180	43	500	1.4	0.7	2.0	0.02
"	3	360	180	59	800	1.1	0.6	1.8	0.02
"	4	360	180	35	200	1.3	0.7	1.9	0.02
"	5	360	180	30	200	1.3	0.7	2.0	0.02
"	6	360	180	30	200	0.9	0.5	1.3	0.02
"	7	-	-	-	-	1.2	0.5	2.5	0.02
"	8	-	-	-	-	1.2	0.5	2.3	0.02
"	9	PVC	-	-	-	1.2	0.5	2.2	0.02
比較例1	1	360	180	30	200	1.6	0.7	3.4	0.02
"	2	360	180	68	1200*	1.4	0.6	2.2	0.02
"	3	360	180	30	200	1.0	0.5	2.2	0.02
"	4	-	-	-	-	1.1	0.4	3.3	0.12
"	5	360	180	30	200	1.5	0.7	3.2	0.02
"	6	PVC	-	-	-	1.4	0.5	3.3	0.02

表中 HClは10% 塩酸水溶液、PVA は10% ポリビニルアルコール水溶液、NH₃は25% アンモニア水溶液、D₅₀、D₁₀、D₅は5%、50%、95%の累積重量における粒度(μ m)、F・Dは焼結密度(g/cm³)、Na₂O量はアルミナ中のソーダ含有量(重量%)を示す。

*粘度を1200cpに調整したものは噴霧乾燥に於ける収率が著しく低下した。

実施例10

粒子アスペクトの比較を目的とし以下のアルミナ粉末のボールミル粉碎時における粉碎時間とBET比表面積を測定した。

この結果を第11図に示す。

試料1：実施例1で得られたアルミナ粉末。

試料2：実施例1において水酸化アルミニウムを分散せしめる水中に塩酸を添加しない他は実施例1と同様の処理によって得られた粉末(D₅₀:1.0 μ m、D₅:0.4 μ m、D₁₀:2.1 μ m、F・D3.60g/cm³、Na₂O量0.13%)。

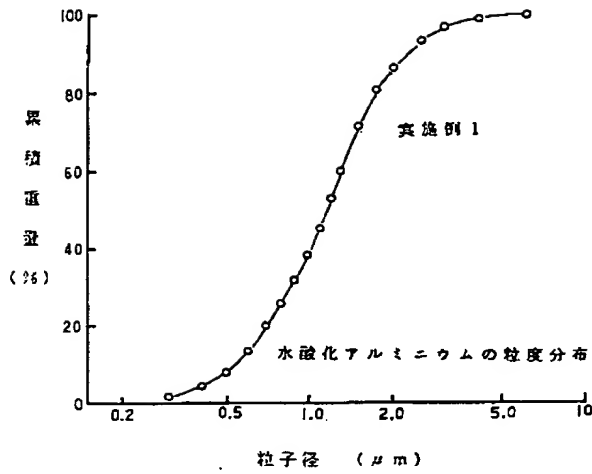
試料3：実施例1において水酸化アルミニウムを分散せしめる水中に塩酸水溶液に代え1%NaF水溶液320ccを添加した他は実施例1と同様の処理によって得られた粉末(D₅₀:1.3 μ m、D₅:0.5 μ m、D₁₀:2.2 μ m、F・D3.70g/cm³、Na₂O量0.02%)。

試料4：実施例1で得られたアルミナ粉末。

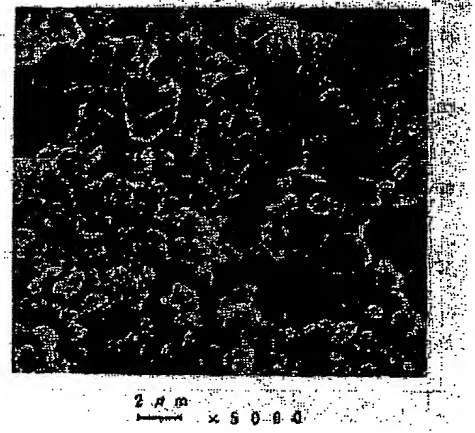
試料5：比較例4で得られたアルミナ粉末。

4. 図面の簡単な説明

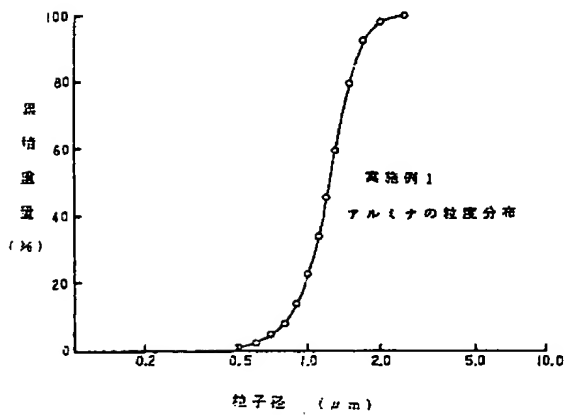
第1図、第3図、第5図、第7図及び第9図は水酸化アルミニウム及びアルミナの粒度分布、第2図、第4図、第6図、第8図および第10図は水酸化アルミニウム及びアルミナの粒子構造を示す走査電子顕微鏡写真、第11図はアスペクト比の相違によるボールミル粉碎時における粉碎時間とBET比表面積の関係を示したものである。



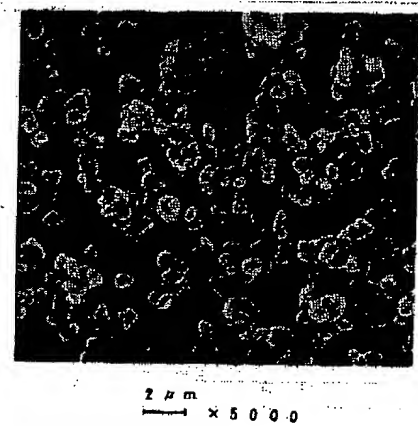
第 1 図



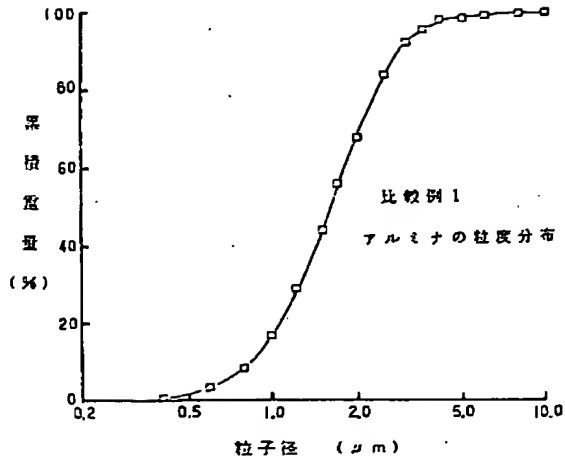
第 2 図



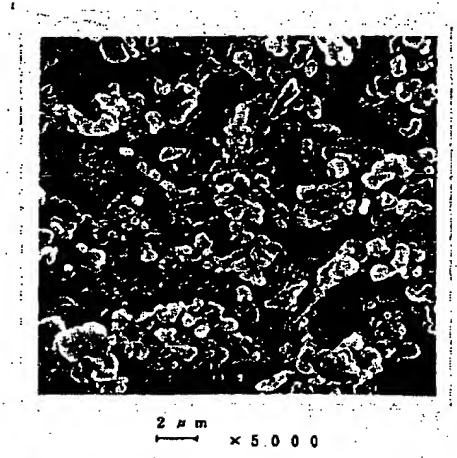
第 3 図



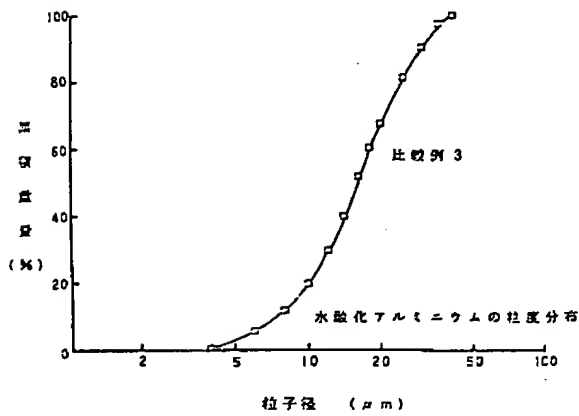
第 4 図



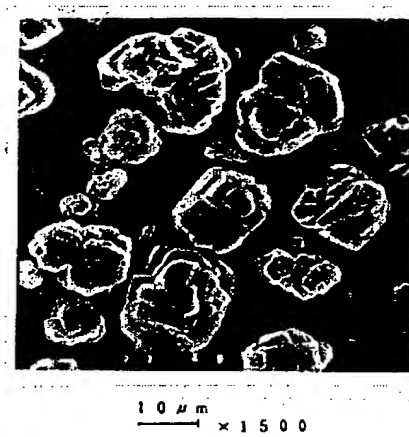
第 5 図



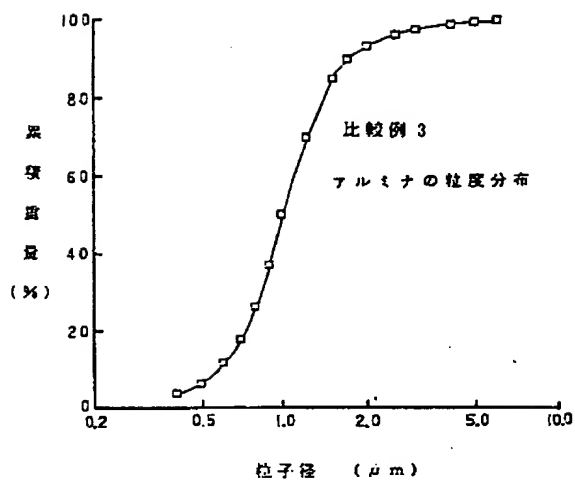
第 6 図



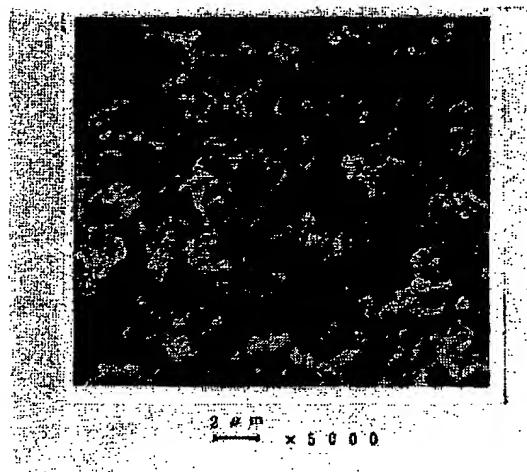
第 7 図



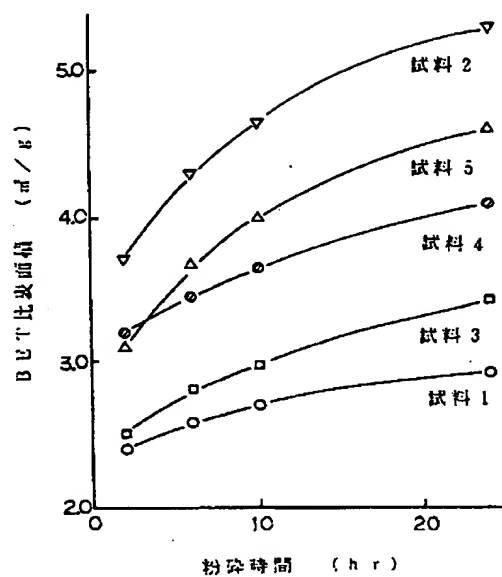
第 8 図



第 9 図



第 10 図



第 11 図